

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-002864

(43)Date of publication of application : 09.01.2001

(51)Int.Cl.

C08L 23/16

C08K 5/01

C08K 5/10

(21)Application number : 11-172550

(71)Applicant : NOK CORP

(22)Date of filing : 18.06.1999

(72)Inventor : KONO SHINGO

### (54) EPDM COMPOSITION

#### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a composition excellent in low temperature characteristics and molding processability by incorporating a paraffinic process oil and an ester-based plasticizer with a peroxide-crosslinkable EPDM.

**SOLUTION:** The EPDM composition comprises 100 pts.wt. of an ethylene/ $\alpha$ -olefin/diene copolymer (EPDM), 0.5-10 pts.wt. of an organic peroxide, at least 15 pts.wt. of a paraffinic process oil and an ester-based plasticizer, and further, if required, a filler or reinforcing agent such as carbon black, silica or the like, an oxide or a hydroxide of a divalent metal such as zinc oxide or the like, stearic acid, an antioxidant, and the like. The organic peroxide includes dicumyl peroxide, 2,5-dimethyl-2,5-bis(tert-butylperoxy) hexane and the like. As the ester-based plasticizer are employed dibutyl, di-2-ethylbutyl, di-2-ethylhexyl, dioctyl, diisooctyl and other diesters of a 4-8C aliphatic dicarboxylic acid such as sebacic acid, azelaic acid, adipic acid and the like.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-2864

(P2001-2864A)

(43)公開日 平成13年1月9日(2001.1.9)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テ-マ-ト\* (参考)

C 0 8 L 23/16

C 0 8 L 23/16

4 J 0 0 2

C 0 8 K 5/01

C 0 8 K 5/01

5/10

5/10

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平11-172550

(22)出願日 平成11年6月18日(1999.6.18)

(71)出願人 000004385

エヌオーケー株式会社

東京都港区芝大門1丁目12番15号

(72)発明者 河野 伸吾

佐賀県三養基郡中原町大字簗原609 エヌ  
オーケー株式会社内

(74)代理人 100066005

弁理士 吉田 俊夫

Fターム(参考) 4J002 AE052 BB151 EH096 FD010

FD026 FD070 GJ02

(54)【発明の名称】 E P D M組成物

(57)【要約】

【課題】 低温特性および成形加工性にすぐれたEPDM組成物を提供する。

【解決手段】 パーオキサイド架橋性EPDMにパラフィン系プロセスオイルおよびエステル系可塑剤を配合したEPDM組成物。

BEST AVAILABLE COPY

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 パーオキサイド架橋性EPDMにパラフィン系プロセスオイルおよびエステル系可塑剤を配合してなるEPDM組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、EPDM組成物に関する。更に詳しくは、低温特性および成形加工性にすぐれたEPDM組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 EPDMは、そのポリマー構造から耐熱性および耐候性が良好であり、可塑剤無配合でも低温特性が良好なため、広く工業用部品の成形材料として用いられている。

【0003】 これらの各種部品の内、特にガスケットやバルブ等は、良好な圧縮永久歪特性が要求されるためパーオキサイド架橋系が用いられるが、パーオキサイド架橋系は加硫の誘導期間が短かく、加硫時の立ち上がりが速いため、複雑な形状や薄い形状等の流動性が要求される品目においては、その成形性不良を改善するため、20 phr以上の可塑剤を添加する必要がある。

【0004】 この場合、可塑剤としては、一般にEPDMとの相溶性の良いパラフィン系プロセスオイルが用いられるが、この可塑剤は低温特性が悪く、実際の低温シール性の評価として用いられるTR試験での回復率が悪化する傾向がみられる(後記比較例1参照)。一方、低温特性の良化のために可塑剤を減量すると、流動性が損われて成形時に生地が流れず、生地焼け等の成形不良をひき起こすようになる(後記比較例2参照)。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、低温特性および成形加工性にすぐれたEPDM組成物を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 かかる本発明の目的は、パーオキサイド架橋性EPDMにパラフィン系プロセスオイルおよびエステル系可塑剤を配合したEPDM組成物によって達成される。

## 【0007】

【発明の実施の形態】 パーオキサイド架橋性EPDMとしては、エチレンおよび $\alpha$ -オレフィンに各種のジエン化合物を共重合させたエチレン- $\alpha$ -オレフィン-ジエン共重

## 実施例1~3

EPDM[ML<sub>1+4</sub>(100℃):28]

(三井化学製品EPT14030)

FEFカーボンブラック

酸化亜鉛

ステアリン酸

2,2,4-トリメチル-1,2-ジハイドロキノリン

ベンツイミダゾール系老化防止剤

100重量部

80 "

5 "

1 "

0.5 "

1 "

合ゴムが用いられる。その架橋は、一般にEPDM100重量部当たり約0.5~10重量部程度の割合で用いられる有機過酸化物、例えばジクミルパーオキサイド、2,5-ジメチル-2,5-ビス(第3ブチルパーオキシ)ヘキサン、2,5-ジメチル-2,5-ビス(第3ブチルパーオキシ)ヘキシン-3等によって行われる。

【0008】 パーオキサイド架橋性EPDMに可塑剤として添加されるパラフィン系プロセスオイルとエステル系可塑剤とは、製品成形性と良い相関がとれているフローQmaxの値を0.35以上とする場合には、例えば低粘度EPDM[ML<sub>1+4</sub>(100℃):28]を用いた場合においても、その合計量がEPDM100重量部当たり約15重量部以上、好ましくは約20~40重量部の添加を必要とする。

【0009】 この合計量が20重量部の場合、その内エステル系可塑剤を1重量部以上用いれば低温特性の改善効果がみられるが、その十分なる効果を得るには約3重量部以上用いることが好ましい。エステル系可塑剤の配合量を増やすにつれて耐熱性や圧縮永久歪特性が低下するようになり、約15重量部をこえると製品表面にブリードアウトが現われるようになるため、好ましくは約10重量部以下の割合で用いられる。

【0010】 エステル系可塑剤としては、セバシン酸、アゼライン酸、アジピン酸等の炭素数4~8の脂肪族ジカルボン酸のブチル、2-エチルブチル、2-エチルヘキシル、オクチル、イソオクチル、イソデシル等のジエステルが用いられる。

【0011】 組成物の調製は、以上の各成分以外に、カーボンブラック、シリカ等の充填剤または補強剤、2価金属の酸化物または水酸化物、ステアリン酸、プロセスオイル、老化防止剤等を必要に応じて配合し、密閉混練機等を用いて混練することによって行われ、その架橋は約150~220℃で約1~20分間程度行われるプレス加硫および約120~200℃で約0.1~20時間程度行われるオーブン加硫によって行われる。

## 【0012】

【発明の効果】 パーオキサイド架橋性EPDMの可塑剤として、パラフィン系プロセスオイルとエステル系可塑剤とを併用することにより、成形加工性(流動性)を犠牲にすることなく、低温特性を改善することができる。

## 【0013】

【実施例】 次に、実施例について本発明を説明する。

## 【0014】

3		4
パラフィン系プロセスオイル	15	"
(出光興産製品ダイアナPW380)		
ジクミルパーオキサイド	3.5	"
(日本油脂製品パークミルド)		
ジオクチルセバケット	5	" (実施例1)
ジオクチルアゼレート	5	" (実施例2)
ジオクチルアジバート	5	" (実施例3)

以上の各配合成分を10インチオープンロールで混練し、混練物について180℃、6分間のプレス加硫を行った。

【0015】得られた加硫物について、次の各項目の測定を行った。また、生地流動特性の測定も行われた。

常態物性：JIS K-6301準拠

圧縮永久歪：120℃、70時間

加熱老化試験：120℃、70時間加熱後の常態物性変化

低温試験：TR10値 (ASTM D-1329) および-30℃での回復率

生地流動特性：150℃、荷重80Kg、予熱60秒間、φ1ダイス

JIS K-7210を参考

【0016】実施例4

実施例1において、FEFカーボンブラック量が75重量部に、パラフィン系プロセス油量が19重量部に、またジオクチルセバケット量が1重量部にそれぞれ変更された。

【0017】実施例5

実施例1において、FEFカーボンブラック量が75重量部に、パラフィン系プロセス油量が17重量部に、またジオ

クチルセバケット量が3重量部にそれぞれ変更された。

【0018】実施例6

実施例1において、FEFカーボンブラック量が75重量部に、パラフィン系プロセス油量が10重量部に、またジオクチルセバケット量が10重量部にそれぞれ変更された。

【0019】実施例7

実施例1において、FEFカーボンブラック量が75重量部に、パラフィン系プロセス油量が5重量部に、またジオクチルセバケット量が15重量部にそれぞれ変更された。

【0020】比較例1

実施例1において、パラフィン系プロセスオイル量を20重量部に変更し、ジオクチルセバケットが用いられなかった。

【0021】比較例2

実施例1において、FEFカーボンブラック量を75重量部に変更し、ジオクチルセバケットが用いられなかった。

【0022】以上の各実施例および比較例における測定結果は、次の表に示される。

表

測定項目	実施例							比較例	
	1	2	3	4	5	6	7	1	2
[常態物性]									
硬度 (JIS A)	70	70	69	69	69	68	67	69	69
ウォーレス硬度 (IRHD)	70	69	69	70	69	68	67	69	69
100%モジュラス (MPa)	6.0	5.8	5.9	5.7	5.8	5.7	5.4	5.8	5.6
引張強度 (MPa)	18.0	17.7	17.8	18.3	18.7	18.2	18.5	18.3	18.5
伸び (%)	230	230	230	250	240	250	250	240	240
[圧縮永久歪]									
120℃、70時間 (%)	14	15	16	14	14	20	30	15	15
[加熱老化試験]									
硬度変化 (ポイント)	+4	+4	+5	+3	+4	+6	+10	+3	+4
引張強度変化率 (%)	+1	+2	+7	+4	+1	+8	+20	+6	+5
伸び変化率 (%)	+5	+8	+7	-2	-3	-18	-30	+5	+3
[低温試験]									
TR10 (℃)	-52	-52	-51	-48	-49	-53	-52	-48	-48
-30° 回復率 (%)	68	67	68	47	57	70	69	45	57
[生地流動性]									
フローQmax (cc/秒)	0.35	0.36	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35	0.36	0.10

## 【手続補正書】

【提出日】平成12年4月5日(2000.4.5)

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【0015】 得られた加硫物について、次の各項目の測定を行った。また、生地流動特性の測定も行われた。

常態物性：JIS K-6301準拠

圧縮永久歪：120℃、70時間

加熱老化試験：120℃、70時間加熱後の常態物性変化

低温試験：TR10値(ASTM D-1329)および-30℃での回復率

生地流動特性：150℃、荷重80Kg、予熱60秒間、 $\phi$ 1ダイス

JIS K-7210を参考